

Исследование пористых плёнок PZT томографическими методами электронной микроскопии

А.В. Атанова¹, Д.Н. Хмеленин¹, О.М. Жигалина^{1,2}, В.И. Бондаренко¹, О.В. Серая¹,
Д.С. Серегин³, К.А. Воротилов³

¹ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, 119333 Москва, Россия
e-mail: atanova.a@crys.ras.ru

²МГТУ им. Н.Э. Баумана, 105005 Москва, Россия

³РТУ МИРЭА, 119454 Москва, Россия

Создание пористых сегнетоэлектриков привлекает внимание учёных по многим причинам, среди которых возможность создания толстых плёнок без растрескивания за счёт релаксации напряжений [1, 2], управление структурой и сегнетоэлектрическими свойствами материалов [3, 4], получение наноструктур в процессе самосборки [5, 6], изучение фундаментальных основ дефектных сегнетоэлектриков [7, 8] и др. Существует большое количество косвенных методов оценки размера пор, их связности, однако все они построены на приближенных моделях и не позволяют изучать локальные особенности материалов, которые, в свою очередь, оказывают значительное влияние на свойства микро- и наноструктур. Наиболее точно охарактеризовать пористую структуру можно томографическими методами, в частности, с использованием растровой (FIB-SEM томография) и просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ-томография). Данные методы открывают новые возможности для анализа структур, а, следовательно, позволяют осуществлять более контролируемый синтез материалов. Несмотря на широкое использование данных методов, при исследовании пористых диэлектриков возникает ряд сложностей, требующих отработки индивидуального подхода.

В данной работе в качестве объектов исследования рассмотрены пористые плёнки PZT, полученные методом химического осаждения из растворов с добавлением в растворы прекурсоров различных структурообразующих компонентов – пороенов, таких как, поливинилпирролидон (PVP) и блок-сополимерные поверхностно-активные вещества (@Brij30, @Brij76). Полученные плёнки являются мезопористыми (размер пор до 50 нм), что является вызовом по разрешению для FIB-SEM томографии, но при этом близко к предельно большому характеристическому размеру для ПЭМ-томографии.

В работе показаны возможности и особенности методов FIB-SEM и ПЭМ-томографии в области исследования мезопористых сегнетоэлектриков, особенности реконструирования и анализа 3D моделей.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ № 20-32-90056 в области структурных исследований и № 19-29-03058 в области синтеза плёнок.

1. H. Kozuka, S. Takenaka, *J. Am. Ceram. Soc.* **85**, 2696 (2002).
2. D. Seregin, K. Vorotilov, A. Sigov, N. Kotova, *Ferroelectrics* **484**, 43 (2015).
3. P. Ferreira, R.Z. Hou, A. Wu, M.G. Willinger, P.M. Vilarinho, J. Mosa, C. Laberty-Robert, C. Boissière, D. Grosso, C. Sanchez, *Langmuir* **28**, 2944 (2012).
4. A. Castro, P. Ferreira, B.J. Rodriguez, P.M. Vilarinhova, *J. Mater. Chem. C* **3**, 1035 (2015).
5. M. Justin, O. Regan, W. Roger, A. Michael, D. Justin, J. Varghese, T. Ghoshal, N. Deepak, C.O. Regan, R.W. Whatmore, *Chem. Mater.* **25**, 1458 (2013).
6. Y.Y. Kim, H. Han, Y.Y. Kim, W. Lee, M. Alexe, S. Baik, J.K. Kim, *Nano Lett.* **10**, 2141 (2010).
7. A.P. Levanyuk and A.S. Sigov, *Defects and structural phase transitions*, Gordon and Breach Science Publishers, New York (USA) (1988).
8. Y. Zhang, J. Roscow, R. Lewis, H. Khanbareh, V.Y. Topolov, M. Xie, C.R. Bowen, *Acta Mater.* **154**, 100 (2018).